

рость увеличения концентрации окисленной формы реагента) принимается равной скорости генерирования пероксильных радикалов.

Таким образом, были определены скорость генерирования и константа генерирования пероксильных радикалов. Также получены зависимости кинетических параметров от температуры и концентрации инициатора. Полученные данные коррелируют с литературными данными и данными, полученными ранее с использованием медиаторной системы [1]. Предложенный метод достаточно прост в применении, а использование одной формы реагента существенно расширяет круг используемых соединений и исследуемых радикальных реакций, в том числе в различных растворителях.

1. Brainina Kh., Gerasimova E., Kasaikina O. et al. Antioxidant Activity Evaluation Assay Based on Peroxide Radicals Generation and Potentiometric Measurement // Analytical Letters. 2011. V. 44, № 8. P. 1405–1415.

## **АНАЛИЗ КРЕМНЕЗЁМИСТЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ АЭС ИСП С МИКРОВОЛНОВОЙ ПОДГОТОВКОЙ ПРОБЫ**

*Якубенко Е.В., Золотухина О.В., Ермолаева Т.Н.*

Липецкий государственный технический университет

398600, г. Липецк, ул. Московская, д. 30

Кремнезёмистые огнеупорные материалы применяются в промышленности для теплоизоляции сталеразливочных и промежуточных ковшей, мартеновских печей и содержат такие важнейшие компоненты как  $\text{SiO}_2$  (до 97 % масс.),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (до 5 % масс.). Для входного контроля качества огнеупорной продукции ГОСТ 2642.3 и ГОСТ 2642.4 рекомендованы гравиметрические и комплексонометрические методы определения  $\text{SiO}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , лимитирующей стадией которых является переводение пробы в раствор. Внедрение в аналитическую практику для анализа кремнезёмных огнеупоров экспрессного метода АЭС ИСП требует существенной модернизации стадии пробоподготовки.

Значительно ускорить процедуру переведения пробы в раствор, уменьшить потери летучих компонентов и снизить расход реактивов позволяет микроволновое разложение пробы в автоклаве. Изучено влияние температуры, скорости микроволнового нагрева, продолжительности выдержки при максимальной температуре, объёма, природы и соотношения кислот в смеси на полноту переведения в раствор кремнезёмистых огнеупоров. В работе использовали микроволновую систему

«SpeedWave four» фирмы «Berghoff» (Германия) с автоклавами DAK 100/4. Навески проб огнеупора марки «Siltis NS» и ГСО К1в массой 0,1 г растворяли в автоклаве под действием микроволнового излучения в 10 мл смеси кислот  $\text{HF}:\text{HCl}:\text{HNO}_3:\text{H}_3\text{PO}_4$  (5:3:1:1) с добавлением 2 г  $\text{H}_3\text{BO}_3$ . Во избежание вскрытия автоклавов и потери кремния в виде летучего  $\text{SiF}_4$  предложен ступенчатый микроволновый нагрев до  $230^\circ\text{C}$  со средней скоростью подъёма температуры  $8,6^\circ\text{C}/\text{мин}$  и выдержкой при заданной температуре в течение 15 мин. Показано, что для предотвращения образования нерастворимого  $\text{AlF}_3$  и эффективного связывания избытка  $\text{HF}$  в  $\text{H}[\text{BF}_4]$  смесь кислот должна содержать  $\text{H}_3\text{BO}_3$  и  $\text{HCl}$ . Предложенный прием позволяет сократить продолжительность пробоподготовки с 8 ч (по ГОСТ 2642.3) до 1 ч.

Для определения  $\text{SiO}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в кремнезёмистых огнеупорных материалах использовали атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6500 Duo фирмы Thermo Scientific (США). Обоснованы степень разбавления образца, обеспечивающая оптимальную чувствительность определения компонентов (1:25000), рабочие длины волн ( $\text{Al I } 396,153$ ;  $\text{Si I } 251,611$ ) и линия внутреннего стандарта ( $\text{Y I } 362,094$ ), свободная от спектральных наложений. Градуировочные графики получали с применением растворов аттестованных смесей в координатах «относительная интенсивность – концентрация определяемого компонента» в диапазонах 50 – 100 % и 0,5 – 5 % для  $\text{SiO}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , соответственно. Правильность разработанной методики проверена с применением растворов ГСО, содержащих анализируемые компоненты на уровне производственной пробы кремнезёмистого материала и путем сопоставления результатов с данными, полученными по ГОСТированным методикам. Статистический анализ средних значений с использованием модифицированного теста Стьюдента показал отсутствие систематической погрешности и подтвердил правильность разработанной методики.

Разработанная методика АЭС ИСП анализа кремнезёмистых огнеупорных материалов с микроволновой пробоподготовкой характеризуется высокой прецизионностью, экономичностью, безопасностью и может быть рекомендована для лабораторий металлургических предприятий.